

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

**Defective images within this document are accurate representations of
the original documents submitted by the applicant.**

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- **COLORLED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS**
- **GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

===== EPODOC =====

TI - Produciton method of waterproof high-saturation regenerated rubber material

AB - Waste vulcanized rubber is used as main raw material. The method includes such technological steps as brominating or oxidizing the devulcanized waste vulcanized rubber to make up high-saturation regenerated rubber, addition of less raw rubber and compounding agent, chloridizing natural rubber to improve its anti-ageing performance, pugging, extrusion, calendering and vulcanization to obtain various water-proof materials. Its advantages are low cost, less energy consumption, and excellent anti-ageing performance for its products.

PN - CN1071116 A 19930421

AP - CN19910109502 19910923

PR - CN19910109502 19910923

PA - GUANGZU LI (CN)

IN - GUANGZU LI (CN)

DT - I

[13] 中华人民共和国专利局

[11] 公开号 CN 1071116A



[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 91109502.0

[51] Int.Cl⁵

B29D 7/01

[43] 公开日 1993 年 4 月 21 日

[22] 申请日 91.9.23

[71] 申请人 李光祖

地址 650021 云南省昆明市南华街 28 号付 2 号

[72] 发明人 李光祖

[74] 专利代理机构 云南省专利事务所

代理人 旃习涵 金耀生

C08J 11/10 B29B 17/00

B29B 15/02 C08C 19/12

THE BRITISH LIBRARY

1 JUN 1993

SCIENCE REFERENCE AND
INFORMATION SERVICE

说明书页数: 6 附图页数: 1

[54] 发明名称 高饱和度再生橡胶防水材料生产方法

[57] 摘要

高饱和度再生橡胶防水材料生产方法。以废旧硫化橡胶为主要原料,并对脱硫后的废旧硫化橡胶进行溴化或氧化制成高饱和度的再生橡胶,然后加入少量的生胶及配合剂,对天然橡胶进行氯化,提高天然橡胶的耐老化性能,又经混炼、挤出、压延、硫化等工序,由此把再生橡胶制成各种防水材料。本法能耗小,成本低、生产周期短、投资少、产品抗老化性能优良,是一种极富开发前景的生产方法。

111

权 利 要 求 书

1、一种高饱和度再生橡胶防水材料的生产方法，其特征是以废旧硫化橡胶为主要原料，并对脱硫后的废旧硫化橡胶进行溴化或氯化制成高饱和度的再生橡胶，然后加入少量的生胶及配合剂，又经混炼、挤出、压延、硫化等工序，由此把再生橡胶制成各种防水材料，采用的操作工序为：

(1) 对废旧硫化橡胶分类、清洗并将其切成大于10公分×10公分的胶块（不需破碎），在卧式带旋转的脱硫机中进行动态脱硫，脱硫温度 80—210℃，脱硫时间 30—50分钟，以树脂作再生剂，再生剂的用量为每公斤胶块 20—50克，脱硫机的内部设有一个3.5千瓦的风机对热烟净化除污染。

(2) 溴化处理：用活性炭吸溴法制成溴化剂（活性炭吸溴量为：3.04克分子/克），在普通炼胶机中，把脱硫胶与溴化剂按100：1.5—2的比例（重量比）配料，并进行溴化处理，反应时间15分钟，反应温度140—150℃，

(3) 氯化处理：在普通炼胶机中，把脱硫胶与漂白精（含有效氯70%）按100：3—3.9的比例（重量比）配料，进行氯化处理，反应时间15—20分钟，反应温度120—135℃。

(4) 生胶处理，把生胶（天然胶或合成胶）在70—80℃的温度下烘干，时间为2—3小时，然后将其切成10cm×10cm×50cm的胶块进行塑炼，所用的塑炼设备为XK—400×400×1000，辊温60—80℃，辊筒容量20—30千克/车，时间5—7分/车，薄通次数10—13次、辊距0.3—0.5mm，

(5) 配料，将处理过的再生胶和生胶与各种配合剂准确称量，具体配方为（单位：千克）：

再生胶	6.5	天然胶	9.2	合成胶	25.8
-----	-----	-----	-----	-----	------

碳黑	5	促进剂（CZ）	0.13
----	---	---------	------

促进剂（M）	0.15	促进剂（TMTD）	0.10
--------	------	-----------	------

硫 黄	1. 2	硬脂酚	1. 2	松香油	1. 8
硬脂酸	0. 2	石 蜡	0. 1		
氧化硅	0. 7	防老剂 D	0. 1	超细活性钙	6 0
轻钙	3 0	活性胶粉	2 0		

(6) 混炼，将配好的混合料用混炼设备 (K 4 5 0 × 1 2 0 0)，前辊速度 25.4 米 / 分，速比为 1 : 1. 2 7，辊温 6 0 — 7 0 °C，容量 4 0 — 5 0 千克 / 车，时间 3 0 — 4 0 分钟，薄通辊距 0. 3 — 0. 5 mm，放后辊距 8 — 1 2 mm。混炼均匀，薄通下料、冷却下片存防，

(7) 挤出，挤出是胶料在压出机的螺杆挤压下，通过条状的口型连续造型，使胶片质地均匀，密致。所用的压出机规格为 1 1 5 × 8 7 0 mm，有五道热水循环控温，水温 90—100 °C。螺杆速度 1 3 — 3 9 / 分，胶片最大宽度 1 3 7 0 mm，胶片厚度 0. 8 — 6 mm，生产能力 1 6 0 — 5 0 0 Kg / ，厚度偏差 ± 0. 2 mm，主动电机 1 8. 5 — 5 5 kw，

(8) 硫化，复合型卷材采用红外线加热硫化法，所用设备规格 13500 × 1200 mm / m，的平板硫化机，加热温度 1 4 2 — 1 6 0 °C，进行硫化。

2、根据权利要求 1 的一种生产方法，其特征是所用的树脂是以氨叶油体出香料后的脚油，加入土松香在蒸馏釜中加热到 2 8 0 — 3 2 0 °C 经 4 小时后，降温过滤制成，其主要成分为：氨叶脚油 1 0 0，土松香 8 0 — 9 0，废变压器油 5 0 — 7 0，甲醛 (含量 2 7 % 以上) 1 0 — 2 4，五氯硫酚 3 — 8，氢氧化钠 0. 2 8 — 0. 5 1。

说明书

高饱和度再生橡胶防水材料生产方法

本发明属于一种对废旧硫化橡胶进行再生，然后将其制成各种防水材料的方法。

随着建筑业的迅速发展，水泥建筑屋面的防水及地下工程防水防渗是一个普遍存在的技术难题，长期以来一直未能得到很好的解决。经过不断的探索与实践，开发和生产新型的高分子防水材料已成为方向，但迄今为止，都是采用全新生胶为原料，成本高、而产品的抗老化性能差，不能适应建筑业的实际需要。本发明人1987年曾提出了废旧硫化橡胶的再生方法（专利号87100611.1），并用处理后的再生橡胶制作防水材料，取得了好的效果，但还有一些不足之处，例如：该法需要对废旧硫化橡胶进行粉碎，电能消耗大，设备易磨损，脱硫时间较长等。本发明是对上述专利的改进和完善。

本发明的目的是提供一种以废旧硫化橡胶为主要原料、能耗小，成本低、生产周期短、投资少、无废水废气污染，产品抗老化性能优良的防水材料的生产方法。

本发明的目的是以如下方式实现的：

本发明是以废旧硫化橡胶为主要原料，并对脱硫后的废旧硫化橡胶进行溴化或氯化制成高饱和度的再生橡胶，然后加入少量的生胶（并对配方中的天然橡胶进行氯化，提高天然生胶的耐老化性能）及配合剂，又经混炼、延压或挤出、硫化（复合型卷材）等工序，由此把再生橡胶制成各种防水材料。

图1是本发明的工艺流程示意图。

下面结合附图对本发明的各个主要工序及操作条件作详细的说明。

1、对废旧硫化橡胶分类、清洗并将其切成大于10公分×10公分的胶块（不需破碎），在卧式带旋转的脱硫机中进行动态脱硫，脱硫温度 80—210℃，脱硫时间 30—50分钟，以树脂作再生剂，再生剂的用量为每公斤胶

块 20—50克，脱硫机的内部设有一个3.5千瓦的风机对热烟净化除污染。

所用的树脂是以氨叶油体出香料后的脚油，加入土松香在蒸馏釜中加热到280—320℃经4小时后，降温过滤制成，其主要成分为：氨叶脚油 100，土松香 80—90，废变压器油 50—70，甲醛（含量27%以上 10—24，五氯硫酚 3—8 氢氧化钠 0.28—0.51。

2、溴化处理，用活性碳吸溴法制成溴化剂（活性碳吸溴量为：3.04克分子/克），在普通炼胶机中，把脱硫胶与溴化剂按100：1.5—2的比例（重量比）配料，进行溴化处理，反应时间15分钟，反应温度140—150℃。

3、氯化处理，在普通炼胶机中，把脱硫胶与漂白精（含有效氯70%）按100：3—3.9的比例（重量比）配料，进行氯化处理，反应时间15—20分钟，反应温度120—135℃。

溴化、氯化后的再生胶应进行检测，必须符合以下物理性能：

拉伸强度(MPa) > 11.5，300%，定伸强度(MPa) > 4.2，扯断伸长 % > 420，热氧化 100℃× 5100h 不变质。

4、生胶处理，把生胶（天然胶或合成胶）在70—80℃的温度下烘干，时间为2—3小时，然后将其切成10cm×10cm×50cm的胶块进行塑炼，所用的塑炼设备为XK—400×1000，辊温60—80℃，辊筒容量20—30千克/车，时间5—7分/车，薄通次数10—13次、辊距0.3—0.5mm。对配方中的天然橡胶进行塑炼，提高天然橡胶的耐老化性能，其氯化方法与再生胶的氯化方法相同。

5、配料，将再生胶和生胶与各种配合剂准确称量，具体配方为（单位：千克）

再生胶 65

天然胶 9.2

合成胶 25.8

碳 黑	5	促进剂 (CZ)	0.18	
促进剂 (M)	0.15,	促进剂 (TMTD)	0.10	
硫 黄	1.2	硬脂酚	1.2	松香油 1.8
硬脂酸	0.2	石 腊	0.1	
氧化硅	0.7	防老剂 D	0.1	超细活性钙 60
轻钙	30	活性胶粉	20	

6、混炼，将配好的混合料用混炼设备 ($K450 \times 1200$)，前辊速度 25.4 米/分 ，速比为 $1:1.27$ ，辊温 $60-70^\circ\text{C}$ ，容量 $40-50 \text{ 千克/车}$ ，时间 $30-40 \text{ 分钟}$ ，薄通辊距 $0.3-0.5 \text{ mm}$ ，放后辊距 $8-12 \text{ mm}$ 。混炼均匀，薄通下料、冷却下片存防。根据需要进行延压或挤出。

7、挤出，挤出是胶料在压出机的螺杆挤压下，通过条状的口型连续造型，使胶片质地均匀，密致。所用的压出机规格为 $115 \times 870 \text{ mm}$ ，有五道热水循环控温，水温 $90-100^\circ\text{C}$ 。螺杆速度 $13-39 \text{ /分}$ ，胶片最大宽度 1370 mm ，胶片厚度 $0.8-6 \text{ mm}$ ，生产能力 $160-500 \text{ Kg/h}$ ，厚度偏差 $\pm 0.1 \text{ mm}$ ，主动电机 $18.5-55 \text{ kw}$ 。

8、硫化，复合型卷材采用红外线加热硫化法，设备规格用 $13500 \times 1200 \text{ mm}$ 的平板硫机，加热温度 $142-160^\circ\text{C}$ ，进行硫化。

通过上述工序制成的胶片，即可使用常规方法，配制各种防水卷材、涂料，防水涂料，防水油膏，外露橡胶制品达 100 种以上。

本发明提供的生产方法，具有以下几个优点：

1、对废旧硫化橡胶不需要破碎和硫化工序，简化了设备，节约了大量的电能消耗，从而降低了生产成本；

2、对废旧硫化橡胶采用卧式脱硫机，动态脱硫，用远红外线为热源，不需要蒸汽加热，缩短了脱硫时间，有效地提高了生产效率。

3、经氯化或溴化的胶料压出容易，对挤出工艺性能有明显的改善。

4、制得的胶料具有耐臭氧氧化性更强，粘结性高，耐透气性好，抗老化性可达30—50年之久。

5、投资少、易建厂，生产周期短，收回投资快，节约生胶用量，对改善环境污染有明显效果。

6、根据原材料的特点，本发明的配方具有独到之处，经特殊设计的配料利用炼胶机的冷却水进行加温到90—100℃，内设五通道常温硫化釜，进行硫化，生产硫化型防水卷材，节约蒸气锅炉和鼓式硫化机，可节约120万元的设备和厂房500平方米。

实施例1：

1、对废旧硫化橡胶分类、清洗并将其切成大于10公分×10公分的胶块，脱硫温度120℃，脱硫机的内部设有一个3.5千瓦的风机对热烟净化除污染。所用的树脂是以氨叶油体出香料后的脚油，加入土松香在蒸馏釜中加热到300℃，经4小时后，降温过滤制成，其主要成分为：氨叶脚100，土松香85，废变压器油80，甲醛（含量27%以上），五硫化酚7，氢氧化钠0.35。

3、氯化处理，在普通炼胶机中，把脱硫胶与漂白精（含有效氯70%）按100：3.5的比例（重量比）配料，进行氯化处理，反应时间17分钟，反应温度125℃。

溴化后的再生胶应进行检测，必须符合以下物理性能：

拉伸强度(MPa) > 11.5，300%定伸强度(MPa) > 4.2，扯断伸长% > 420，热氧化 100℃×5100h 不变质。

3、生胶处理，把生胶（天然胶或合成胶）在75℃的温度下烘干，时间为2.5小时，然后将其切成10cm×10cm×50cm的胶块进行塑炼，所用的塑炼设备为XK-400×1000，辊温70℃，辊筒容量25千克/车，时间5—7分/车，薄通次数10—13次、辊距0.3—0.5mm。对配方中的天

然橡胶进行氯化，提高天然橡胶的耐老化性能，其氯化方法与再生胶的氯化方法相同。

4、配料，将处理过的再生胶和生胶与各种配合剂准确称量，具体配方为：

(单位： 千克)

再生胶	6 5	天然胶	9 . 2	合成胶	2 5 . 8
碳 黑	5	促进剂 (C Z)	0 . 1 8		
促进剂 (M)	0 . 1 5 ,	促进剂 (TMTD)	0 . 1 0		
硫 黄	1 . 2	硬脂酚	1 . 2	松香油	8
石 蜡	0 . 1	氧化硅	0 . 7	防老剂 D	1 . 0
超细活性钙	6 0	轻钙	3 0	胶 粉	3 0

5、混炼，将配好的混合料用混炼设备 (K S 4 5 0 × 1 2 0 0)，前辊速度 2 5 . 4 米 / 分，速比为 1 : 1 . 2 7，辊温 6 5 ℃，容量 4 5 千克/车，时间 3 5 分钟，薄通辊距 0 . 4 mm，放后辊距 1 0 mm。混炼均匀，薄通下料、冷却下片存防，根据需要进行延压或挤出。

6、挤出，挤出过程是胶料在压出机的螺杆挤压下，通过条状的口型连续造型，使胶片质地均匀，密致。所用的压出机规格为 1 1 5 × 8 7 0 mm，有五道热水循环控温，温度为 9 5 ℃，螺杆速度 2 8 /分，胶片最大宽度 1 3 7 0 mm，胶片厚度 3 mm，生产能力 3 0 0 Kg/h，厚度偏差 ± 0 . 1 mm，主动电机 4 0 kw。

7、硫化，复合型卷材是采用红外线加热硫化法，温度 1 5 8 ℃，其余采用自然常温硫化法。

实施例 2：

氯化处理，在普通炼胶机中，把脱氯胶与漂白精 (含有效氯 7 0 %) 按 1 0 0 : 3 . 5 的比例 (重量比) 配料，进行氯化处理，反应时间 1 7 分钟，反应温度 1 2 5 ℃。

溴化、氯化后的再生胶应进行检测，必须符合以下物理性能：

拉伸强度 (MPa) > 11.5 , 300 % 伸强度 (MPa) > 4.2 , 扯断伸长 % > 420 , 热氧化 $100^{\circ} \times 5100h$ 不变质。

其余工序同实施例 1。

说明书附图

工艺流程示意图：

